

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-128516

(43)Date of publication of application : 19.05.1998

(51)Int.Cl.

B22D 17/00  
B22D 21/04

(21)Application number : 08-283947

(71)Applicant : UBE IND LTD

(22)Date of filing : 25.10.1996

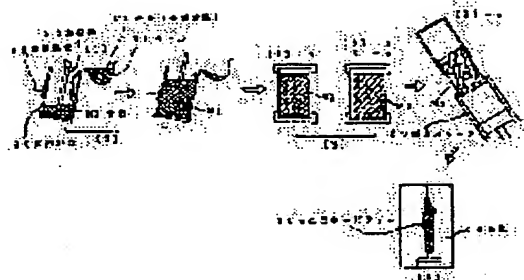
(72)Inventor : ADACHI MITSURU  
SATO SATOSHI  
HARADA YASUNORI

## (54) FORMATION OF SEMI-MOLTEN METAL

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a forming method of semi-molten metal which simply and surely crystallizes fine non-dendritic primary crystal in an alloy and press-forms by supplying the alloy into a metallic mold for forming after rapidly cooling while uniformly holding the temp. distribution of the alloy in a vessel.

**SOLUTION:** An exciting bar 20 is dipped into the alloy poured into the holding vessel 30 during pouring and excited while directly contacting to give the alloy vibration and then, the alloy is made to a liquid state having crystal nuclei at the liquidus line temp. or higher or to a solid-liquid coexisting state having crystal nuclei of forming temp. or higher at the liquidus line temp. or lower. Successively, while cooling the alloy to the forming temp. showing a prescribed liquid phase ratio in the holding vessel 30, this condition is held for 30sec-60min and then, after crystallizing the fine primary crystal in the alloy, the alloy is taken out from the holding vessel 30 and supplied into a metallic mold for forming and press-formed.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 15.05.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3491468

[Date of registration] 14.11.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

Best Available Copy

## \* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

## [Claim(s)]

[Claim 1] By exciting this excitation rod and giving an oscillation to this alloy, being immersed and contacting an excitation- among teeming rod into the alloy which teeming is carried out and is saved in the maintenance container directly It is made the alloy in the solid-liquid coexistence condition of having a crystalline nucleus more than molding temperature with the alloy in the liquid condition of having a crystalline nucleus above liquidus-line temperature, or below the liquidus line. By holding for [ 30 seconds - ] 60 minutes, cooling this alloy within said maintenance container to the molding temperature which shows the predetermined rate of the liquid phase succeeding The shaping approach of the half-molten metal characterized by picking out this alloy from this maintenance container, and supplying and carrying out pressing to a molding die after making a detailed primary phase crystallize in this alloy.

[Claim 2] The shaping approach of half-molten metal according to claim 1 of giving an oscillation to this maintenance container while exciting an excitation rod among teeming in a maintenance container.

[Claim 3] An excitation rod is the shaping approach of the half-molten metal according to claim 1 or 2 which considers as metal either which coated metal, the product made from a nonmetal, and the nonmetal, and enabled it to cool this excitation rod from the interior or the exterior of this excitation rod.

[Claim 4] The temperature of the alloy by which teeming is carried out is the shaping approach of claim 1 which the degree of superheat held at less than 50 degrees C to liquidus-line temperature thru/or half-molten metal according to claim 3.

[Claim 5] The shaping approach of claim 1 which the rate of the liquid phase of the alloy supplied to a molding die is 1.0% or more, and was made into less than 75% thru/or half-molten metal according to claim 4.

[Claim 6] The shaping approach of the half-molten metal according to claim 1 or 2 which used the alloy as the aluminum alloy of the presentation in the maximum solid-solution limit, or the hypoeutectic aluminum alloy of the presentation more than the maximum solid-solution limit.

[Claim 7] The shaping approach of the half-molten metal according to claim 1 or 2 which used the alloy as the Magnesium alloy of the presentation in the maximum solid-solution limit.

[Claim 8] The shaping approach of the half-molten metal according to claim 6 used as the aluminum alloy which added B for the aluminum alloy and added 0.005% - 0.3% for Ti 0.0001% to 0.01%.

[Claim 9] The shaping approach of the half-molten metal according to claim 7 used as either the Magnesium alloy which added Sr for the Magnesium alloy 0.005% to 0.1%, the Magnesium alloy which added 0.01% - 1.5% and Sr for Si 0.005% to 0.1% or the Magnesium alloy which added calcium 0.05% to 0.30%.

[Claim 10] The shaping approach of claim 1 which heated the upper part of a maintenance container, or the lower part to the elevated temperature compared with incubation or this maintenance container center section at least thru/or half-molten metal according to claim 9.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the shaping approach of the half-molten metal which supplies and carries out pressing to a molding die, after making a detailed primary phase crystallize in this alloy liquid by starting the shaping approach of half-molten metal, especially giving an oscillation to the alloy which teeming is carried out and is saved in the maintenance container, and carrying out fixed time amount maintenance, cooling this alloy within said maintenance container to the molding temperature which shows the predetermined rate of the liquid phase succeedingly.

[0002]

[Description of the Prior Art] The CHIKUSO cast method is a technique which has an advantage, like there are few casting defects and segregations compared with the conventional casting, a metal texture is uniform, and a \*\*\*\*\* and a molding cycle have a short mold life, and attracts attention recently. The billet used in this fabricating method (A) is characterized by the balling-up organization obtained by carrying out machine churning and electromagnetic stirring in a half-melting temperature field, or using the recrystallization after processing. On the other hand, how to carry out half-melting shaping using the raw material by the conventional casting is also learned. This is the approach (B) of adding Zr, since a still more detailed crystal is produced in the Magnesium alloy which is easy to generate equiaxed structure, and the approach (C) of using a carbon system detailed-ized agent. Moreover, it is an approach (D) to add the former for an aluminum-5%Ti-1%B hardener twice to about 10 times as a detailed-ized agent in an aluminum alloy, and is the approach of heating the raw material obtained by these approaches in a half-melting temperature region, making a primary phase spheroidize, and fabricating. Moreover, after heating comparatively quickly to the temperature near the solidus line to the alloy within a solid-solution limit, in order to make temperature of the whole raw material into homogeneity and to prevent local melting, the approach (E) of heating gently and fabricating to the suitable temperature to which an ingredient becomes soft exceeding the solidus line, is learned. On the other hand, the LEO cast method (F) which fabricates it as it is learned, without unlike the approach of carrying out temperature up of the billet and fabricating it to a half-melting temperature field, generating the melt containing a spherical primary phase continuously, and once solidifying as a billet. Moreover, the method (G) of obtaining the slurry for the LEO casts is learned by holding the metal at least whose part which molten metal was contacted on the cooling object and the dip cooling object, and was obtained is in a solid-liquid coexistence condition in a half-melting temperature region. Furthermore, it cools giving supersonic vibration directly to the molten metal held in the billet case into the container exterior to a container, a half-coagulation billet is manufactured, and casting (H) fabricated succeedingly is known.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, in any [ of the approach of using the agitating method and recrystallization ] case, the approach of (A) mentioned above is complicated, and has the difficulty that a manufacturing cost becomes high. Moreover, in order Zr is high in the case of the approach of (B), to be a problem in cost and to fully demonstrate the detailed-ized effectiveness by the approach of (C) in a Magnesium alloy using a carbide system detailed-ized agent, it is necessary to manage low Be which is an antioxidizing element to about 7 ppm, it tends to carry out oxidation combustion at the time of the heat-treatment in front of shaping, and it is activity top inconvenience.

[0004] Only by on the other hand adding a detailed-ized agent in an aluminum alloy, it is about 500 micrometers and it is not easy to obtain the organization of detailed crystal grain 100 micrometers or less. For this reason, although there is the approach (D) of adding a detailed-ized agent so much, it is [ that a detailed-ized agent tends to sediment to a blast furnace bottom ] industrially difficult, and cost is also high. Furthermore, by the approach of (E), after exceeding the solidus line, although the CHIKUSO fabricating method characterized by heating gently and attaining homogeneity heating and balling-up of a raw material is proposed, even if it heats the usual dendrite organization, it does not change to a CHIKUSO organization (the primary phase dendrite is spheroidizing).

[0005] And in order to carry out half-melting shaping also in which CHIKUSO fabricating method of (A) - (E), it is necessary to once solidify the liquid phase and to carry out temperature up of the billet to a half-melting temperature field again, and becomes cost high compared with the conventional casting. Moreover, although it is more advantageous than the CHIKUSO cast also cost-wise and in energy in order to carry out generation supply of the melt which contains a spherical primary phase by the approach of (F) continuously, the facility-linkage with the machine which manufactures the metal raw material which consists of a spherical organization and the liquid phase, and the casting machine which manufactures a final product is complicated. There are the following troubles by the approach of (G). Although the slurry which includes a detailed crystal by holding this metal in a half-melting temperature region is obtained since it passes serially with the metal with which the metal containing the crystalline nucleus generated on the dip cooling object flows later when a dip cooling object is used A metal adheres to a dip cooling object, or even when not adhering, a metal remains on a dip cooling object. Therefore, there is a problem that temperature of the metal at the time of dip cooling object passage cannot be made low (since the metal of a detailed crystal is obtained so that the temperature at the time of cooling object passage becomes lower than liquidus-line temperature, I want to make low temperature of the metal at the time of cooling object passage). Moreover, when a cooling object is only contacted to the metal of a liquid condition, a detailed crystal will not be obtained, if a cooling object is changed into a non-contact condition from the metal of a liquid condition before a coagulation layer is

not made to the perimeter of a cooling object or generates a coagulation layer. Although pulling up oscillation equipment is indicated after cooling giving supersonic vibration to the molten metal directly or indirectly by the approach of (H) after putting a molten metal into a billet case, specifically stirring by oscillation, and making a molten metal detailed, and stirring are completed, there are the following troubles.

\*\* Detailed-ization by molten metal stirring is expectable in early stages of coagulation, and if stable coagulation husks are once formed in a case inner surface and the surface of hot water or viscosity goes up with water temperature lowering, stirring is difficult for it and cannot make it detailed easily. For this reason, when it is going to obtain a half-coagulation metal by short time amount, oscillating grant time amount becomes short, it is hard to obtain the detailed spherical organization suitable for half-melting shaping, and many dendrite-like organizations are accepted.

\*\* When manufacturing a mass half-coagulation metal, it is hard to obtain a uniform and detailed organization.

\*\* Even if the phase and coagulation husks of the rate of the low liquid phase tend to be made so that an excitation rod may be surrounded, and it pulls up an excitation rod, temperature lowering of the surface of hot water is large, and since excitation equipment is put in in the molten metal, without keeping the container upper part warm after teeming, if it fabricates with a die casting machine as it is, it will tend to serve as an uneven organization.

[0006] Without moreover taking a complicated approach, without using a billet paying attention to the trouble of the above-mentioned conventional all directions method, this invention obtains the half-molten metal which has the uniform organization which contains the primary phase which spheroidized easily simple, and aims at offering the approach of carrying out pressing.

[0007]

[Means for Solving the Problem] In order to solve such a problem, it sets to this invention. By exciting this excitation rod and giving an oscillation to this alloy, being immersed and contacting an excitation-among teeming rod into the alloy which teeming is carried out and is saved in the maintenance container in the 1st invention directly It is made the alloy in the solid-liquid coexistence condition of having a crystalline nucleus more than molding temperature with the alloy in the liquid condition of having a crystalline nucleus above liquidus-line temperature, or below the liquidus line. After making a detailed primary phase crystallize in this alloy by holding for [ 30 seconds - ] 60 minutes, cooling this alloy within said maintenance container to the molding temperature which shows the predetermined rate of the liquid phase succeedingly, this alloy is picked out from this maintenance container, a molding die is supplied, and it was made to carry out pressing.

[0008] Moreover, in the 2nd invention, while exciting the excitation rod among teeming in the maintenance container in the 1st invention, the oscillation was given to this maintenance container. Moreover, an excitation rod is made into metal either which coated metal, the product made from a nonmetal, and the nonmetal, and enabled it to cool this excitation rod from the interior or the exterior of this excitation rod in the 3rd invention. Furthermore by the 4th invention, the degree of superheat held the temperature of the alloy by which teeming is carried out at less than 50 degrees C to liquidus-line temperature. Moreover, in the 5th invention, the rate of the liquid phase of the alloy supplied to a molding die is 1.0% or more, and it could be less than 75%. Furthermore, the alloy was used as the aluminum alloy of the presentation in the maximum solid-solution limit, or the hypoeutectic aluminum alloy of the presentation more than the maximum solid-solution limit in the 6th invention. And the alloy was used as the Magnesium alloy of the presentation in the maximum solid-solution limit in the 7th invention.

[0009] Moreover, in the 8th invention, it considered as the aluminum alloy which added B for the aluminum alloy and added 0.005% - 0.3% for Ti 0.0001% to 0.01%. Furthermore, in the 9th invention, it carried out to either the Magnesium alloy which added Sr for the Magnesium alloy 0.005% to 0.1%, the Magnesium alloy which added 0.01% - 1.5% and Sr for Si 0.005% to 0.1% or the Magnesium alloy which added calcium 0.05% to 0.30%. And in the 10th invention, the upper part of a maintenance container or the lower part was heated to the elevated temperature compared with incubation or this maintenance container center section at least.

[0010]

[Embodiment of the Invention] Being immersed and contacting an excitation rod into the alloy which teeming is carried out and is saved in the maintenance container directly, excite an excitation rod and this alloy is vibrated. It is made the alloy in the solid-liquid coexistence condition of having a crystalline nucleus more than molding temperature with the alloy in the liquid condition of having a crystalline nucleus above the liquidus-line temperature which secedes from an excitation rod from an alloy after teeming completion, and has the obtained crystalline nucleus, or below the liquidus line. By holding for [ 30 seconds - ] 60 minutes, cooling this alloy within said maintenance container to the molding temperature which shows the predetermined rate of the liquid phase succeedingly After making a detailed primary phase crystallize in this alloy, the outstanding Plastic solid which has a homogeneous organization is acquired by picking out this alloy from this maintenance container, and supplying and carrying out pressing to a molding die.

[0011]

[Example] Based on a drawing, the detail of the example of this invention is explained below. The process explanatory view in which drawing 1 - drawing 9 start the example of this invention, and drawing 1 shows the shaping approach of the half-molten metal of the hypoeutectic aluminum alloy the presentation more than the maximum solid-solution limit, The process explanatory view in which drawing 2 shows the shaping approach of the half-molten metal of the Magnesium alloy of the presentation in the maximum solid-solution limit, or an aluminum alloy. Copy drawing of the metal texture of each process which showed drawing 3 in the process explanatory view from generation of a spherical primary phase to shaping, and showed drawing 4 to drawing 3 . The equilibrium diagram of the aluminum-Si system alloy with typical drawing 5 which is an aluminum alloy. The equilibrium diagram of the Mg-aluminum system alloy with typical drawing 6 which is a Magnesium alloy. copy drawing of the microphotography which drawing 7 shows the metal texture of the Plastic solid of the example of this invention, drawing 8 . and drawing 9 are copy drawings of the microphotography in which the metal texture of the mold goods of the example of a comparison is shown.

[0012] In this invention, as shown in drawing 1 . drawing 2 . drawing 3 . drawing 5 R> 5, and drawing 6 First, the hypoeutectic aluminum alloy of the presentation more than the maximum solid-solution limit with which the degree of superheat was held to liquidus-line temperature at less than 50 degrees C or the Magnesium alloy of the presentation in the maximum solid-solution limit, Being immersed into the alloy in a maintenance container and contacting an excitation rod an alloy and

directly carrying out teeming of the molten metal of an aluminum alloy to a maintenance container, an oscillation is given to an alloy and it is made to break away from an alloy by pulling up an excitation rod promptly after teeming completion by exciting an excitation rod. It is desirable to give an oscillation to not only an excitation rod but a maintenance container into this teeming.

[0013] Thus, it is made the alloy in the solid-liquid coexistence condition of having a crystalline nucleus more than molding temperature with the alloy in the liquid condition of having a crystalline nucleus above liquidus-line temperature, or below the liquidus line. By holding for [ 30 seconds - ] 60 minutes, cooling this alloy within said maintenance container to the molding temperature which shows the predetermined rate of the liquid phase succeeding. After making a detailed primary phase crystallize in this alloy, top-and-bottom reversal of this maintenance container was carried out, and this alloy is picked out from this maintenance container, a molding die is supplied, and it was made to carry out pressing. Here, "the predetermined rate of the liquid phase" means the quantitative ratio of the liquid phase suitable for pressing, and the rate of the liquid phase is preferably made into 40% - 65% less than 75% in high pressure casting, such as die casting and squeeze casting. At less than 40%, the ejection from the maintenance container 30 is not easy, and the moldability of the taken-out raw material is inferior. Since the raw material is soft on the other hand when exceeding 75%, a segregation occurs in the metal texture of the cast which involved in circumference air at the time of insertion to the injection sleeve for injecting the molten metal in metal mold of a die casting machine, or was fabricated at it not only handling is difficult, but, and there are problems — it is hard to obtain a uniform organization. For this reason, it may be 65% or less preferably 75% or less. By the extrusion method or the forging method, it may be 10% - 65% preferably 1.0% to 70%. When exceeding 70%, there is \*\*\*\* which the ununiformity of an organization produces. For this reason, it may be 65% or less preferably 70% or less. Moreover, since deformation resistance is high at less than 1.0%, it may be 1.0% or more. In addition, when performing an extrusion method and the forging method using the alloy of less than 40% of rate of the liquid phase, the rate of the liquid phase is lowered for this alloy to less than 40% ejection and after that from a container at 40% or more of rate of the liquid phase.

[0014] With the "maintenance container" as used in the field of this invention, it considers as the metal container which considered as the metal container or the container made from a nonmetal (a ceramic container is also included), or applied or coated the front face with the nonmetal material, or the metal container which compounded the nonmetal material. It is effective for antisticking of metal to apply a nonmetal material to the front face of a metal container. Moreover, when a conductive container is used as a means to heat a maintenance container, in addition to the approach of heating the interior or the exterior of a maintenance container at a heater, you may heat by the approach of high-frequency induction heating. Saying moreover, "while it is immersed into an alloy and an excitation rod is directly contacted into the alloy which teeming is carried out and is saved in the maintenance container, an oscillation is given to an excitation rod" [ of this invention ] For example, it is not carrying out teeming to the excitation rod into which teeming's was carried out from RADORU to the maintenance container, and the excitation rod's was dipped into the alloy saved into the maintenance container, and it meant giving the alloy in which an excitation rod's is excited and the oscillation is stored, and was put into the maintenance container. In this invention, an excitation rod is put in into the liquid alloy which is accumulating after being put in into a maintenance container, and an oscillation is told to an alloy (in addition, an excitation rod is made to secede from an alloy promptly at the same time a teeming activity is completed). in addition — as the frequency condition which commercial air type rocking equipment and electromotive rocking equipment may be used for it although "an oscillation" of this invention does not limit the class of vibration generator system, and a frequency condition (a frequency, amplitude), and is used — a frequency — 10 Hertz - 50 — 50 Hertz - 1k Hertz and the piece amplitude have 500 micrometers — preferably desirable 10 micrometers 1mm - 0.1 micrometers preferably k Hertz.

[0015] Specifically, an activity is done with the procedure as follows. Alloy M1 which is the perfect liquid into which it was put in RADORU 10 in the process [1] of drawing 3 and drawing 4 Carrying out teeming to the maintenance container (a ceramic container or ceramic-coating metal vessel) 30 in a process [2] Alloy M1 The excitation rod 20 is immersed in inside and it is an alloy M1. The excitation rod 20 is excited making it contact directly, and it is this alloy M1. An oscillation is given. Moreover, an oscillation is also given to the maintenance container 30 with rocking equipment 40 among teeming if needed, and it is an alloy M2 about the excitation rod 20 after teeming completion. By pulling up, they are the alloy M2 of the liquid condition near the liquidus line, or the alloy M2 of a solid-liquid coexistence condition. A crystalline nucleus is generated. Next, it sets at a process [3] and is this alloy M2. In the maintenance container 30 which heated the upper part or the lower part to the elevated temperature compared with incubation or this maintenance container center section if needed at least, it holds in the state of half-melting, and a detailed primary phase [ being spherical (the shape of a non-dendrite) ] is made to generate from the introduced crystalline germ. Thus, alloy M3 which has the obtained predetermined rate of the liquid phase For example, after reversing the maintenance container 30 like [3]-d and inserting in the injection sleeve 50 of dies casting at the predetermined rate of the liquid phase, pressing is carried out within metal mold cavity 60a of a die-cast machine, and mold goods are obtained.

[0016] The difference between this invention shown in drawing 1, drawing 2, drawing 3, and drawing 4, and the conventional CHIKUSO cast method and the LEO cast method is clearer than drawing. Namely, crushing balling-up of the dendrite-like primary phase crystallized by half-melting \*\*\*\*\* like a conventional method in this invention is compulsorily carried out neither by machine churning nor electromagnetic stirring. It starts from the crystalline nucleus introduced into liquid with the temperature lowering in a half-melting temperature field. Crystallization, The primary phase of a large number which grow with the heating value which the alloy itself has (It is also possible that heating maintenance is carried out from the outside if needed) Since it spheroidizes continuously and the process of the fritting deliquescence by the re-temperature up of a billet [ in / the CHIKUSO cast method ] is skipped, it is a very simple approach. The reason for numerical definition shown by the frequency condition, balling-up conditions and process condition which were set up in each of each process mentioned above, i.e., the teeming process to the maintenance container 30 shown in drawing 3 R> 3, generation of a primary phase, a spherical process, and a forming cycle, or this invention is explained below.

[0017] If the temperature of the molten metal by which teeming is carried out to the maintenance container 30 is high 50 degrees C or more to liquidus-line temperature, there is little karyogenesis of (1) crystal, moreover, there will also be few rates of the crystalline germ which remains since the temperature of the alloy when flowing into (2) containers is higher

than the liquidus line, its size of a primary phase will be large, and the dendrite of an infinite form will generate them. For this reason, pouring temperature can be made into more detailed primary phase size by making the degree of superheat to the liquidus line into less than 50 degrees C. and making the degree of superheat to liquidus-line temperature into less than 30°degrees C. Alloy M1 by which teeming was carried out to the maintenance container 30. In case it is cooled until the rate of the liquid phase suitable for shaping is shown. When the container upper part and the container lower part are not heated or kept warm, it is the alloy M1 of the upper part of this container 30 and/or the lower part. Since a dendrite-like primary phase is generated in the epidermis section, or a coagulation layer grows and the temperature distribution of the metal in a container also become an ununiformity. When reversing and picking out an alloy from a maintenance container, the alloy of the predetermined rate of the liquid phase cannot be discharged from a maintenance container, or a coagulation layer remains in the maintenance container 30 interior, and continuous molding tends to become difficult. For this reason, when the holding time to teeming postforming temperature is short, in the cooling process, the container upper part and the container lower part are heated from a container center section, or it is kept warm, and the upper part of this container and the lower part are beforehand heated not only the cooling process after teeming but before teeming if needed.

[0018] If the maintenance container 30 can carry out time amount maintenance of predetermined, cooling the alloy by which teeming was carried out to the molding temperature which shows the predetermined rate of the liquid phase, it is not necessary to limit the construction material of a maintenance container but, and when cooling the alloy in a container for a short time for less than 5 minutes, the thing of the construction material beyond 1.0 kcal/mhrdegree C has desirable thermal conductivity. When using a metallic maintenance container, it is desirable to apply nonmetallic matter (for example, BN, a graphite, etc.) to the front face of this container. Any of mechanical, chemical, and a physical method are sufficient as the approach of applying. Moreover, when [ which uses a container with permeability as a container 30 ] a case or long duration maintenance is carried out, it is desirable [ a Magnesium alloy and an aluminum alloy ] to make the container exterior into predetermined ambient atmospheres (an inert atmosphere, reduced pressure ambient atmosphere, etc.) in order to tend to oxidize. Moreover, when using a metallic container, since a Magnesium alloy tends to oxidize, it is desirable [ a Magnesium alloy ] to make it an inert atmosphere and CO<sub>2</sub> ambient atmosphere. Moreover, in order to plan antioxidizing, beforehand, to a metal molten metal, Be and calcium can be added in a Magnesium alloy and Be can be added with an aluminum alloy. In addition, the configuration where it is not limited to tubed and was suitable for the method of fabricating subsequent is possible for the configuration of a container 30. If the holding time in the maintenance container 30 is less than 30 seconds, it is difficult for making it the temperature which shows the rate of the liquid phase to wish to generate a spherical primary phase easily. On the other hand, if the holding time exceeds 60 minutes, the spherical primary phase and eutectic structure which generated will become coarse, and a mechanical property will deteriorate. For this reason, the holding time is made into 30 seconds - 60 minutes.

[0019] Although it is possible to obtain the fritting fusion gold below the liquidus-line temperature which contains many crystalline nuclei by giving an oscillation with the excitation rod 20 and rocking equipment 40 to container inferior-conjunction gold, and the alloy beyond liquidus-line temperature, in order to obtain a more uniform and detailed spherical organization, Ti and B are added in an aluminum alloy, and Sr, Si, and calcium are added in a Magnesium alloy. Since big and rough Ti compound will be generated and ductility will fall if Ti exceeds 0.005% - 0.30%, Ti may be 0.005% - 0.30%. Although B promotes detailed-ization conjointly with Ti, since effectiveness beyond it is not expectable even if detailed-ized effectiveness will be small and it will add exceeding 0.01%, if it is less than 0.001%, B may be 0.001% - 0.01%. Since effectiveness beyond it is not expectable even if detailed-ized effectiveness will be small and it will add exceeding 0.1%, if Sr is less than 0.005%, Sr may be 0.005% - 0.1%. By carrying out compound addition of 0.01% - 1.5% of the Si, crystal grain still more detailed than Sr independent addition is obtained by 0.005% - 0.1% of Sr. Since effectiveness beyond it is not expectable even if detailed-ized effectiveness has small calcium at less than 0.05% and it adds exceeding 0.30%, calcium may be 0.05% - 0.30%.

[0020] In order to give a crystalline nucleus to the alloy by which teeming is carried out, the excitation rod 20 is used, but in order to use the excitation rod 20 continuously and to generate much crystals, it is desirable that it is what can be cooled from the interior or the outside, and to apply the nonmetallic matter to the front face of the excitation rod 20. In addition, when the cooling rod which can be cooled from the interior without making it vibrate is only used and a cooling rod is pulled up from the alloy by which teeming was carried out even if it has applied the nonmetallic matter, a coagulation layer adheres to a cooling rod front face so much, or many dendrites are accepted into the alloy in a maintenance container. For this reason, in contacting a cooling rod to a molten metal, as you vibrate, let this cooling rod be an excitation rod. If the excitation rod 20 is used, the alloy inside a maintenance container can be made to crystallize a detailed primary phase. However, a dendrite may be generated into the part in contact with the maintenance container 30. For this reason, it is desirable among teeming to give an oscillation to the maintenance container 30. In addition, since the detailed crystal suitable for half-melting shaping is not obtained even if it uses the excitation rod 20, or it vibrates the maintenance container 30 and it vibrates the alloy in the maintenance container 30, after carrying out teeming, it excites in teeming.

[0021]

[A table 1]

材の品質	備 考														
		初 品 サイズ ( $\mu$ m)	備 考	備 考	備 考	備 考	備 考	備 考	備 考	備 考	備 考	備 考	備 考	備 考	備 考
		110	○												
		100	○												
		105	○												
		120	○												
		97	○												
		85	○												
		90	○												
		85	○												
		95	○												
		115	○												
		120	○												
		350	×												
		230	×												
		310	×												
		250	×												
		75	×												
		120	○												
		130	○												
		180	×												
		100	○												

定形の初品：少ない○、多い×  
 断：少ない○、多い×  
 器内くぼみ：加振棒をひき上げ  
 後に出来た穴



成形前の半溶融金属の条件													成形条件
No.	鋳造温度(℃)	加振機の振動の有無	保持容器の振動の有無	容器内メタル温度(℃)	保持時間(分)	成形前の液相率(%)	保持容器の材質	保持容器の温度		成形前のメタル内のくぼみの有無	成形前のメタルの温度分布	空気巻き込み	不定形品の量
								上部	下部				
1	AC4CH	630	有	有	810	3.5	60	S	保温	保温	無	○	○
2	AC4CH	620	有	有	608	3.0	60	S	保温	保温	無	○	○
3	AC4CH	620	有	無	608	3.3	55	S	加熱	保温	無	○	○
4	AC4CH	640	有	有	817	4.0	60	S	保温	加熱	無	○	○
5	AC4CH+0.003B	620	有	有	609	3.0	60	S	保温	保温	無	○	○
6	AZ91	615	有	有	592	2.5	60	S	保温	保温	無	○	○
7	AZ91+0.4Si+0.01Sr	615	有	有	590	2.5	60	S	保温	保温	無	○	○
8	AZ91+0.15Ca	625	有	有	595	2.7	60	S	保温	保温	無	○	○
9	AC7A	645	有	無	630	3.7	50	S	保温	保温	無	○	○
10	AC4CH	620	有	無	612	6.0	70	C	—	—	無	○	○
11	AC4CH	630	有	無	619	7.5	45	C	保温	—	無	○	○
12	AC4CH	630	有	有	640	10.0	60	S	保温	保温	無	○	×
13	AC4CH	630	無	有	610	3.5	60	S	保温	保温	無	○	×
14	AC4CH	630	有	無	610	75.0	60	C	保温	保温	無	○	×
15	AC4CH	625	—	有	620	4.5	60	S	保温	保温	無	○	×
16	AC4CH	630	有	有	610	1.5	80	S	保温	保温	無	○	×
17	AC4CH	630	有	有	610	3.0	55	S	保温	保温	有	×	×
18	AC4CH	640	有	有	618	3.0	0.5	S	保温	保温	有	○	○
19	AZ91	615	無	無	590	2.0	55	S	保温	保温	無	○	×
20	AC4CH	630	有	有	610	2.5	60	S	—	—	無	○	×

注記1 ① 融点	AC4CH	Al-7%Si-0.35%Mg-0.15%Ti	815℃	② 振動：100HZ、0.1mm	⑤ 不
	AZ91	Mg-8%Al-0.7%Zn-0.2%Mn	565℃	③ 温度分布：良○、悪×	⑥ 偏
	AC7A	Al-5%Mg-0.4%Mn	635℃	④ 空気巻き込み：少ない○、多い×	⑦ 歪

注記2 *	容器内メタル温度：注満完了直後のメタルの温度	た
-------	------------------------	---

注記1 ① 融点 AC4CH Al-7%Si-0.35%Mg-0.15%Ti 815°C

AZ91 Mg-9%Al-0.7%Zn-0.2%Mn 595°C

AC7A Al-5%Mg-0.4%Mn 635°C

注記2 \* 1 容器内メタル温度；注記完了直後のメタルの温度

\* 2 容器の材質；S：鋼、C：セラミック

\* 3 通常の固体成形と同じ加圧力が必要

② 振動；100HZ、0.1mm

③ 温度分布；良○、悪×

④ 空気巻き込み；少ない○、多い×

⑤ 不

⑥ 備

⑦ 容

た

[0022] The conditions of the half-molten metal before fabricating to a table 1 and the quality of shaping material are shown. As shown in drawing 3, shaping inserted half-molten metal in the injection sleeve 50, and was performed using the squeeze casting machine after that. The process condition was made into welding-pressure 950 kgf/cm<sup>2</sup>, injection-speed 0.5 m/s, the cast weight (biscuit \*\*\*\*) of 1.5kg, and the die temperature of 230 degrees C. However, no.11 and no.18 show the conditions of the half-molten metal used when the quality of the shaping material when fabricating using an extruder and it were fabricated among a table 1. Shaping inserted the half-molten metal of the predetermined rate of the liquid phase in the container, and performed extrusion molding after that. The process condition is as follows.

\*\* Extruder specification; 800t, extrusion rate (product rate);80 m/min\*\* extrusion billet diameter;75mm, extrusion ratio;20

[0023] In the example 12 of a comparison, since there is almost no crystalline nucleus which remains in a maintenance container since casting temperature is too high, a detailed spherical primary phase is not obtained but only the primary phase of an infinite form is obtained. In the example 13 of a comparison, and the example 19 of a comparison, since there is no oscillation of an excitation rod, as shown in drawing 9, many dendrites of an infinite form are generated. In the example 14 of a comparison, since the holding time is long, spherical primary phase size becomes large. In the example 15 of a comparison, since there is no excitation rod, as shown in drawing 8, the dendrite of an infinite form is generated or a big and rough spherical primary phase is generated. In the example 16 of a comparison, since the rate of the liquid phase before shaping is high, when inserting fritting fusion gold in a sleeve, air involves in, or many segregations occur inside a cast. In the example 17 of a comparison, since the ejection time amount of the excitation rod after teeming completion was late, since a coagulation layer is made to the surroundings of the excitation rod 20, a dendrite is generated, or an organization uneven inside a cast is generated. Since it cooled quickly without completely keeping it warm in the upper part of a maintenance container, and the lower part in the example 20 of a comparison, although there are few dendrites of an infinite form, a coagulation layer is made by them in the upper part of a maintenance container, and the lower part, and blowdown of the fritting fusion gold from a maintenance container is difficult for them. Since the rate of the liquid phase at the time of extrusion molding is 0.5% (the rate of the liquid phase of the fritting fusion gold picked out from a container 30 is 55% although not indicated in a table 1), the almost same welding pressure as the case where the alloy of a solid state is fabricated is required of the example 18 of a comparison.

[0024] On the other hand, in the example 1 of this invention - the example 11 of this invention, as shown in drawing 7 R> 7, the dendrite of an infinite form is not accepted but the Plastic solid of the homogeneous organization which has a detailed spherical primary phase is acquired.

[0025]

[Effect of the Invention] By the shaping approach of the half-molten metal concerning this invention, so that clearly from

having explained above By exciting this excitation rod and giving an oscillation to this alloy, being immersed and contacting an excitation-among teeming rod into the alloy which teeming is carried out and is saved in the maintenance container directly It is made the alloy in the solid-liquid coexistence condition of having a crystalline nucleus more than molding temperature with the alloy in the liquid condition of having a crystalline nucleus above liquidus-line temperature, or below the liquidus line. By holding for [ 30 seconds - ] 60 minutes, cooling this alloy within said maintenance container to the molding temperature which shows the predetermined rate of the liquid phase succeeding After making a detailed primary phase crystallize in this alloy, since this alloy is picked out from this maintenance container and pressing is supplied and carried out to a molding die, it is not based on the conventional machine agitating method or a conventional electromagnetic-stirring method, but the Plastic solid which has a detailed and spherical organization by low cost easily simple is acquired.

---

[Translation done.]



## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2. \*\*\* shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

## [Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the process explanatory view showing the shaping approach of the half-molten metal of the hypoeutectic aluminum alloy the presentation more than the maximum solid-solution limit concerning this invention.

[Drawing 2] It is the process explanatory view showing the shaping approach of the half-molten metal of the Magnesium alloy of the presentation in the maximum solid-solution limit concerning this invention, or an aluminum alloy.

[Drawing 3] It is a process explanatory view from generation of the spherical primary phase concerning this invention to shaping.

[Drawing 4] It is copy drawing of the metal texture of each process shown in drawing 3.

[Drawing 5] It is the aluminum-Si system alloy equilibrium diagram which is a typical aluminum containing alloy concerning this invention.

[Drawing 6] It is the Mg-aluminum system alloy equilibrium diagram which is a typical MAGUNE alloy concerning this invention.

[Drawing 7] It is copy drawing of the microphotography in which the metal texture of the mold goods (AC4CH alloy) of the example of this invention is shown.

[Drawing 8] It is copy drawing of the microphotography in which the metal texture of the mold goods (with an AC4CH alloy and no excitation rod) of the example of a comparison is shown.

[Drawing 9] It is copy drawing of the microphotography in which the metal texture of the mold goods (with an AC4CH alloy, those with a cooling rod, and no oscillation) of the example of a comparison is shown.

## [Description of Notations]

10 RADORU

20 Excitation Rod

30 Maintenance Container (Metal Vessel or Nonmetal Container)

40 Excitation Equipment

50 Injection Sleeve

60 Metal Mold

60a Metal mold cavity

70 Heat Insulating Material

M Molten metal metal

T Holding time

t The metal temperature in a container

---

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-128516

(43)公開日 平成10年(1998) 5月19日

(51)Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

F I

B 2 2 D 17/00

B 2 2 D 17/00

Z

21/04

21/04

A

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 9 頁)

(21)出願番号

特願平8-283947

(22)出願日

平成 8 年(1996)10月25日

(71)出願人 000000206

宇部興産株式会社

山口県宇部市西本町 1 丁目12番32号

(72)発明者 安達 充

山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地

宇部興産株式会社機械・エンジニアリング  
事業本部内

(72)発明者 佐藤 智

山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地

宇部興産株式会社機械・エンジニアリング  
事業本部内

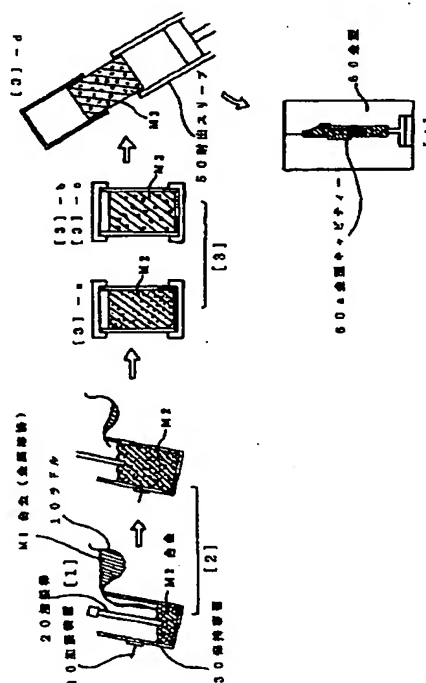
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 半熔融金属の成形方法

(57)【要約】

【課題】 簡便かつ確実に、非樹枝状晶の微細な初晶を該合金中に晶出させ、かつ該容器内の合金の温度分布を均一に保持して急速に冷却した後、該合金を成形用金型に供給して加圧成形する半熔融金属の成形方法を提供するものである。

【構成】 保持容器内に注湯する合金に、注湯中加振棒を浸漬して直接接触させながら該加振棒を加振して該合金に振動を与えることにより、液相線温度以上で結晶核を有する液体状態の合金または液相線以下で成形温度以上の結晶核を有する固液共存状態の合金にし、引き続き所定の液相率を示す成形温度まで該合金を前記保持容器内で冷却しつつ30秒～60分間保持することにより、該合金中に微細な初晶を晶出させた後、該保持容器から該合金を取り出して成形用金型に供給して加圧成形する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 保持容器内に注湯され蓄えられていく合金に、注湯中加振棒を浸漬して直接接触させながら該加振棒を加振して該合金に振動を与えることにより、液相線温度以上で結晶核を有する液体状態の合金または液相線以下で成形温度以上の結晶核を有する固液共存状態の合金にし、

引き続き所定の液相率を示す成形温度まで該合金を前記保持容器内で冷却しつつ 30 秒～60 分間保持することにより、該合金中に微細な初晶を晶出させた後、該保持容器から該合金を取り出して成形用金型に供給して加圧成形することを特徴とする半熔融金属の成形方法。

【請求項 2】 保持容器に注湯中、加振棒を加振するとともに該保持容器に振動を与える請求項 1 記載の半熔融金属の成形方法。

【請求項 3】 加振棒は、金属製、非金属製、非金属をコーティングした金属製のいずれかとし、かつ、該加振棒の内部あるいは外部から該加振棒を冷却することができるようにした請求項 1 または請求項 2 記載の半熔融金属の成形方法。

【請求項 4】 注湯される合金の温度は、液相線温度に対して過熱度が 50℃未満に保持した請求項 1 ないし請求項 3 記載の半熔融金属の成形方法。

【請求項 5】 成形用金型に供給される合金の液相率が 1.0%以上で、かつ、75%未満とした請求項 1 ないし請求項 4 記載の半熔融金属の成形方法。

【請求項 6】 合金を最大固溶限内組成のアルミニウム合金、または、最大固溶限以上の組成の亜共晶アルミニウム合金とした請求項 1 または請求項 2 記載の半熔融金属の成形方法。

【請求項 7】 合金を最大固溶限内組成のマグネシウム合金とした請求項 1 または請求項 2 記載の半熔融金属の成形方法。

【請求項 8】 アルミニウム合金を、B を 0.0001%～0.01%、Ti を 0.005%～0.3% を添加したアルミニウム合金とした請求項 6 記載の半熔融金属の成形方法。

【請求項 9】 マグネシウム合金を、Sr を 0.005%～0.1% 添加したマグネシウム合金、Si を 0.01%～1.5% および Sr を 0.005%～0.1% 添加したマグネシウム合金、または Ca を 0.05%～0.30% 添加したマグネシウム合金のいずれかとした請求項 7 記載の半熔融金属の成形方法。

【請求項 10】 少なくとも保持容器の上部、下部のいずれかを保温または該保持容器中央部に比べて高温に加熱した請求項 1 ないし請求項 9 記載の半熔融金属の成形方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は半熔融金属の成形方

法に係り、特に保持容器内に注湯され蓄えられていく合金に振動を与え、引き続き所定の液相率を示す成形温度まで該合金を前記保持容器内で冷却しつつ一定時間保持することにより、該合金液中に微細な初晶を晶出させたうえ、成形用金型に供給して加圧成形する半熔融金属の成形方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 チクソキャスト法は、従来の鑄造法に比べて鑄造欠陥や偏析が少なく、金属組織が均一で、金型寿命が長いことや成形サイクルが短いなどの利点があり、最近注目されている技術である。この成形法 (A) において使用されるビレットは、半熔融温度領域で機械攪拌や電磁攪拌を実施するか、あるいは加工後の再結晶を利用することによって得られた球状化組織を特徴とするものである。これに対して、従来鑄造法による素材を用いて半熔融成形する方法も知られている。これは、たとえば、等軸晶組織を発生しやすいマグネシウム合金においてさらに微細な結晶を生じさせるために Zr を添加する方法 (B) や炭素系微細化剤を使用する方法 (C) であり、またアルミニウム合金において微細化剤として Al-5%Ti-1%B 母合金を従来の 2 倍～10 倍程度添加する方法 (D) であり、これら方法により得られた素材を半熔融温度域に加熱し初晶を球状化させ成形する方法である。また、固溶限以内の合金に対して、固相線近くの温度まで比較的急速に加熱した後、素材全体の温度を均一にし局部的な溶融を防ぐために、固相線を超えて材料が柔らかくなる適当な温度まで緩やかに加熱して成形する方法 (E) が知られている。一方、ビレットを半熔融温度領域まで昇温し成形する方法と異なり、球状の初晶を含む融液を連続的に生成し、ビレットとして一旦固化することなく、そのままそれを成形するレオキャスト法 (F) が知られている。また、冷却体および傾斜冷却体に熔融金属を接触させて得られた少なくとも一部が固液共存状態である金属を半熔融温度域に保持することによりレオキャスト用スラリを得る方法 (G) が知られている。さらに、ビレットケースに収容された溶湯に容器外部から、あるいは、容器の中に直接、超音波振動を付与しながら冷却し、半凝固ビレットを製造し、引き続き成形する鑄造 (H) が知られている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上述した (A) の方法は攪拌法や再結晶を利用する方法のいずれの場合も煩雑であり、製造コストが高くなる難点がある。また、マグネシウム合金においては (B) の方法の場合には、Zr が高く、コスト的に問題であり、(C) の方法では、炭化物系微細化剤を使用してその微細化効果を十分に発揮させるためには、酸化防止元素である Be を、たとえば、7ppm 程度に低く管理する必要がある。成形直前の加熱処理時に酸化燃焼しやすく、作業上不都合である。

【0004】一方、アルミニウム合金においては、単に微細化剤を添加するだけでは $500\mu\text{m}$ 程度であり、 $100\mu\text{m}$ 以下の微細な結晶粒の組織を得ることは容易ではない。このため、多量に微細化剤を添加する方法

(D)があるが、微細化剤が炉底に沈降しやすく工業的には難しく、かつコストも高い。さらに(E)の方法では、固相線を超えてから緩やかに加熱して素材の均一加熱と球状化を図ることを特徴とするチクソ成形法が提案されているが、通常のデンドライト組織を加熱してもチクソ組織(初晶デンドライトが球状化されている)には変化しない。

【0005】しかも(A)～(E)のいずれのチクソ成形法においても半熔融成形するために、一旦液相を固化しそのピレットを再度半熔融温度領域まで昇温する必要がある、従来鑄造法に比べてコスト高になる。また、

(F)の方法では、球状の初晶を含む融液を連続的に生成供給するため、コスト的、エネルギー的にもチクソキャストよりも有利であるが、球状組織と液相からなる金属原料を製造する機械と最終製品を製造する鑄造機との設備的連動が煩雑である。(G)の方法では、次のような問題点がある。傾斜冷却体を用いた場合、傾斜冷却体上に発生した結晶核を含む金属が後から流れてくる金属により逐次流されるため、半熔融温度域に該金属を保持することにより微細な結晶を含むスラリが得られるが、傾斜冷却体に金属が付着したり、付着しない場合でも傾斜冷却体上に金属が残存したりして、そのため傾斜冷却体通過時の金属の温度を低くすることができないという問題がある(冷却体通過時の温度が液相線温度よりも低くなるほど、微細な結晶の金属が得られるため、冷却体通過時の金属の温度を低くしたい)。また、冷却体を液体状態の金属に単に接触させた場合、凝固層が冷却体周囲に出来たり、凝固層を生成しないうちに液体状態の金属から冷却体を非接触状態にすると微細な結晶が得られない。(H)の方法では、ピレットケースに溶湯を入れた後に、その溶湯に直接あるいは間接に超音波振動を付与しながら冷却し、具体的には振動により攪拌し溶湯を微細化すること、攪拌が終了すると発振装置を引き上げることが記載されているが、下記のような問題点がある。

① 溶湯攪拌による微細化が期待できるのは、凝固の初期であり、一旦、ケース内面、湯面に安定な凝固殻が形成されたり、湯温低下に伴ない粘性が上がれば、攪拌が難しく、微細化しにくい。このため、短い時間で半凝固金属を得ようとする場合、振動付与時間が短くなり、半熔融成形に適した微細な球状の組織は得にくく、デンドライト状の組織が多く認められる。

② 大容量の半凝固金属を製造する場合、均一で微細な組織が得にくい。

③ 注湯後、容器上部を保温せずに加振装置を溶湯内に入れていたために、加振棒を囲むように低液相率の相や凝固殻が出来やすく、また、加振棒を引き上げても湯面

の温度低下は大きく、そのままダイカスト機で成形すれば、不均一な組織となりやすい。

【0006】本発明は、上述の従来の各方法の問題点に着目し、ピレットを使用することなく、しかも煩雑な方法を探ることなく、簡便容易に、球状化した初晶を含む均一な組織を有する半熔融金属を得て、加圧成形する方法を提供することを目的とするものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】このような問題を解決するために、本発明においては、第1の発明では、保持容器内に注湯され蓄えられていく合金に、注湯中加振棒を浸漬して直接接触させながら該加振棒を加振して該合金に振動を与えることにより、液相線温度以上で結晶核を有する液体状態の合金または液相線以下で成形温度以上の結晶核を有する固液共存状態の合金にし、引き続き所定の液相率を示す成形温度まで該合金を前記保持容器内で冷却しつつ30秒～60分間保持することにより、該合金中に微細な初晶を晶出させた後、該保持容器から該合金を取り出して成形用金型に供給して加圧成形するようになった。

【0008】また、第2の発明では、第1の発明における保持容器に注湯中、加振棒を加振するとともに該保持容器に振動を与えるようにした。また、第3の発明では、加振棒は、金属製、非金属製、非金属をコーティングした金属製のいずれかとし、かつ、該加振棒の内部あるいは外部から該加振棒を冷却することができるようにした。さらに第4の発明では、注湯される合金の温度は、液相線温度に対して過熱度が $50^{\circ}\text{C}$ 未満に保持した。また、第5の発明では、成形用金型に供給される合金の液相率が1.0%以上で、かつ、75%未満とした。さらに、第6の発明では、合金を最大固溶限内組成のアルミニウム合金、または、最大固溶限以上の組成の亜共晶アルミニウム合金とした。そして、第7の発明では、合金を最大固溶限内組成のマグネシウム合金とした。

【0009】また、第8の発明では、アルミニウム合金を、Bを0.0001%～0.01%、Tiを0.005%～0.3%を添加したアルミニウム合金とした。さらに、第9の発明では、マグネシウム合金を、Srを0.005%～0.1%添加したマグネシウム合金、Siを0.01%～1.5%およびSrを0.005%～0.1%添加したマグネシウム合金、またはCaを0.05%～0.30%添加したマグネシウム合金のいずれかとした。そして、第10の発明では、少なくとも保持容器の上部、下部のいずれかを保温または該保持容器中央部に比べて高温に加熱した。

【0010】

【発明の実施の形態】保持容器内に注湯され蓄えられていく合金に加振棒を浸漬して直接接触させながら加振棒を加振して該合金を振動させ、注湯完了後に加振棒を合

金より離脱し、得られた結晶核を有する液相線温度以上で結晶核を有する液体状態の合金または液相線以下で成形温度以上の結晶核を有する固液共存状態の合金にし、引き続き所定の液相率を示す成形温度まで該合金を前記保持容器内で冷却しつつ30秒～60分間保持することにより、該合金中に微細な初晶を晶出させた後、該保持容器から該合金を取り出して成形用金型に供給して加圧成形することにより、均質な組織を有する優れた成形体が得られる。

#### 【0011】

【実施例】以下図面に基づいて本発明の実施例の詳細について説明する。図1～図9は本発明の実施例に係り、図1は最大固溶限以上の組成の亜共晶アルミニウム合金の半溶融金属の成形方法を示す工程説明図、図2は最大固溶限内組成のマグネシウム合金あるいはアルミニウム合金の半溶融金属の成形方法を示す工程説明図、図3は球状初晶の生成から成形までの工程説明図、図4は図3に示した各工程の金属組織の模写図、図5は代表的なアルミニウム合金であるAl-Si系合金の平衡状態図、図6は代表的なマグネシウム合金であるMg-Al系合金の平衡状態図、図7は本発明例の成形体の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図、図8および図9は比較例の成形品の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【0012】本発明においては、図1、図2、図3、図5、図6に示すように、まず、液相線温度に対して過熱度が50℃未満に保持された最大固溶限以上の組成の亜共晶アルミニウム合金あるいは最大固溶限内組成のマグネシウム合金、アルミニウム合金の溶湯を、保持容器に注湯しつつ加振棒を保持容器内の合金中へ浸漬して合金と直接接触させながら加振棒を加振することにより合金に振動を与え、注湯完了後直ちに加振棒を引き上げることにより合金より離脱させる。この注湯中に、加振棒ばかりでなく保持容器にも振動を与えることが望ましい。

【0013】このようにして、液相線温度以上で結晶核を有する液体状態の合金または液相線以下で成形温度以上の結晶核を有する固液共存状態の合金にし、引き続き所定の液相率を示す成形温度まで該合金を前記保持容器内で冷却しつつ30秒～60分間保持することにより、該合金中に微細な初晶を晶出させた後、該保持容器を天地反転するなどして該保持容器から該合金を取り出して成形用金型に供給して加圧成形するようにした。ここで、「所定の液相率」とは、加圧成形に適する液相の量比を意味し、ダイカスト鑄造、スクイズ鑄造などの高圧鑄造では、液相率は75%未満、好ましくは40%～65%とする。40%未満では保持容器30からの取り出しが容易でなく、また取り出された素材の成形性が劣る。一方、75%を超える場合は素材が軟らかいためハンドリングが難しいばかりでなく、ダイカスト機の金型内溶融金属を射出するための射出スリーブへの挿入時に周辺空気を巻き込み、あるいは成形された鑄造品の金属

組織に偏析が発生して均一な組織が得にくいなどの問題がある。このため、75%以下、好ましくは65%以下とする。押出法や鍛造法では、1.0%～70%、好ましくは10%～65%とする。70%を超える場合は、組織の不均一が生じる恐れがある。このため、70%以下、好ましくは65%以下とする。また、1.0%未満では変形抵抗が高いので、1.0%以上とする。なお、40%未満の液相率の合金を用いて押出法や鍛造法を行なう場合、40%以上の液相率で該合金を容器から取り出し、その後、40%未満に液相率を下げる。

【0014】本発明でいう「保持容器」とは、金属製容器または非金属製容器（セラミック容器も含む）とするか、あるいは、非金属材料を表面に塗布またはコーティングした金属製容器、もしくは非金属材料を複合させた金属製容器とする。非金属材料を金属製容器の表面に塗布するのは、メタルの付着防止に効果的である。また、保持容器を加熱する手段として、保持容器の内部あるいは外部をヒータで加熱する方法以外に、導電性の容器を用いた場合は高周波誘導加熱の方法によって加熱してもよい。また、本発明の「保持容器内に注湯され蓄えられていく合金に加振棒を合金中へ浸漬して直接接触させながら加振棒へ振動を与える」とは、たとえば、ラドルから保持容器へ注湯され、保持容器内へ蓄えられていく合金の中に加振棒を浸し、かつ、加振棒を加振してその振動を蓄えられていく合金に与えることを意味し、保持容器内へ入れられた加振棒に注湯するということではない。本発明では、保持容器内へ入れられた後にたまりつつある液体合金中に加振棒を入れて振動を合金へ伝えるものである（なお、注湯作業が完了すると同時に加振棒は、合金から直ちに離脱させる）。なお、本発明の「振動」とは、振動発生装置の種類、振動条件（周波数、振幅）を限定するものでないが、市販のエア式振動装置、電動式振動装置でもよく、また使用される振動条件としては、たとえば、周波数は10ヘルツ～50kヘルツ、好ましくは50ヘルツ～1kヘルツ、片振幅は1mm～0.1μm、好ましくは500μm～10μmが望ましい。

【0015】具体的には以下のとおりの手順により作業を進める。図3および図4の工程[1]においてラドル10内に入れられた完全液体である合金M<sub>1</sub>を、工程[2]において保持容器（セラミック容器もしくはセラミックコーティング金属容器）30に注湯しつつ、合金M<sub>1</sub>の中に加振棒20を浸漬し合金M<sub>1</sub>に直接接触させながら加振棒20を加振して該合金M<sub>1</sub>に振動を与え、また、注湯中、必要に応じて保持容器30にも振動装置40により振動を与え、注湯完了後加振棒20を合金M<sub>2</sub>より引き上げることにより、液相線近傍の液体状態の合金M<sub>2</sub>、あるいは、固液共存状態の合金M<sub>2</sub>に結晶核を発生させる。次に、工程[3]において該合金M<sub>2</sub>を、必要に応じて少なくとも上部、下部のいずれかを保温も

しくは該保持容器中央部に比べて高温に加熱した保持容器30において半溶融状態で保持し、導入された結晶核から微細な球状（非デンドライト状）の初晶を生成させる。このようにして得られた所定の液相率を有する合金M<sub>3</sub>を、例えば[3]-dのように保持容器30を反転し、ダイキャストの射出スリーブ50に所定の液相率で挿入した後、ダイカストマシンの金型キャビティ60a内で加圧成形して成形品を得る。

【0016】図1、図2、図3、図4に示す本発明と、従来のチクソキャスト法やレオキャスト法の違いは図より明らかである。すなわち、本発明では、従来法のように半溶融温度領域で晶出したデンドライト状の初晶を機械攪拌や電磁攪拌で強制的に破碎球状化することはなく、半溶融温度領域における温度低下とともに液中に導入された結晶核を起点として晶出、成長する多数の初晶が合金自身が持っている熱量により（必要に応じて外部から加熱保持されることも有り得る）、連続的に球状化されるものであり、また、チクソキャスト法におけるピレットの再昇温による半溶融の工程が省かれているため極めて簡便な方法である。上述した各工程、すなわち、図3に示す保持容器30への注湯工程、初晶の生成、球状工程、成形工程のそれぞれにおいて設定された振動条件、球状化条件および成形条件や本発明で示した数値限定理由について以下に説明する。

【0017】保持容器30に注湯される溶湯の温度が、液相線温度に対して50℃以上高ければ、（1）結晶の核発生が少なく、しかも、（2）容器に注がれた時の合金の温度が液相線よりも高いために残存する結晶核の割合も少なく、初晶のサイズが大きく、不定形のデンドライトが発生する。このため、注湯温度は液相線に対する過熱度を50℃未満とし、また液相線温度に対する過熱度を30℃未満とすることにより、より微細な初晶サイズとすることができる。保持容器30に注湯された合金M<sub>1</sub>が、成形に適した液相率を示すまで冷却される際に、容器上部および容器下部が加熱もしくは保温されない場合、該容器30の上部および／あるいは下部の合金M<sub>1</sub>の表皮部にデンドライト状の初晶が発生したり、凝固層が成長し容器内の金属の温度分布も不均一になるため、保持容器から合金を反転してとり出す場合、保持容器から所定の液相率の合金を排出出来なかったり、保持容器30内部に凝固層が残り連続成形が困難になりやすい。このため、注湯後成形温度までの保持時間が短い場合、冷却過程では容器上部および容器下部を容器中央部より加熱したり、あるいは、保温し、必要に応じて注湯後の冷却過程だけでなく、注湯前にあらかじめ該容器の上部、下部を加熱しておく。

【0018】保持容器30は、注湯された合金を所定の液相率を示す成形温度まで冷却しながら所定の時間保持できるものであれば、保持容器の材質を限定する必要はないが、容器内の合金を5分以内の短時間に冷却する場

合は、熱伝導率が1.0 kcal/mhr℃以上の材質のものが好ましい。金属性の保持容器を使用する場合は、該容器の表面に非金属性物質（例えばBN、黒鉛など）を塗布することが好ましい。塗布する方法は機械的、化学的、物理的方法のいずれでも構わない。また、通気性のある容器を容器30として使用する場合、あるいは、長時間保持される場合、マグネシウム合金およびアルミニウム合金は酸化しやすいため、容器外部を所定の雰囲気（不活性雰囲気、減圧雰囲気など）にすることが好ましい。また金属性容器を使用する場合においても、マグネシウム合金は酸化しやすいので不活性雰囲気やCO<sub>2</sub>雰囲気にすることが望ましい。また、酸化防止を図るためにあらかじめ金属溶湯にマグネシウム合金ではBe、Caを、アルミニウム合金ではBeを添加することが出来る。なお、容器30の形状は筒状に限定されるものではなく、その後の成形法に適した形状が可能である。その保持容器30における保持時間が30秒未満であれば、希望する液相率を示す温度にすることが容易でなく、また球状の初晶を生成することが困難である。一方、保持時間が60分を超えると、生成した球状初晶や共晶組織が粗くなり、機械的性質が低下する。このため、保持時間は30秒～60分とする。

【0019】容器内合金に対して加振棒20、振動装置40により振動を与えることにより、結晶核を多数含む液相線温度以下の半溶融合金および液相線温度以上の合金を得ることは可能であるが、より均一で微細な球状組織を得るためにアルミニウム合金においてはTi、Bを添加し、マグネシウム合金においてはSr、Si、Caを添加する。Tiが0.005%～0.30%を超えれば粗大なTi化合物が発生し延性が低下するので、Tiは0.005%～0.30%とする。BはTiと相まって微細化を促進するが、0.001%未満であれば微細化効果は小さく、0.01%を超えて添加してもそれ以上の効果を期待できないのでBは0.001%～0.01%とする。Srが0.005%未満であれば微細化効果は小さく、0.1%を超えて添加してもそれ以上の効果を期待できないので、Srは0.005%～0.1%とする。0.005%～0.1%のSrに0.01%～1.5%のSiを複合添加することにより、Sr単独添加よりもさらに微細な結晶粒が得られる。Caが0.05%未満では微細化効果は小さく、0.30%を超えて添加してもそれ以上の効果を期待できないのでCaは0.05%～0.30%とする。

【0020】注湯される合金に結晶核を与えるために加振棒20を使用するが、連続的に加振棒20を使用し、かつ結晶を多数発生させるために内部あるいは外部から冷却できるものであること、加振棒20の表面に非金属性物質を塗布することが好ましい。なお、振動をさせないで内部から冷却できる冷却棒を単に使用した場合は、たとえ非金属性物質を塗布していても、注湯された合金



から冷却棒を引き上げた時、冷却棒表面に凝固層が多量に付着したり、樹枝状晶が保持容器内の合金中に多数認められたりする。このため、冷却棒を溶湯に接触させる場合には、この冷却棒を振動するようにして加振棒とする。加振棒20を使用すれば、保持容器内部の合金に微細な初晶を晶出させることは出来る。しかし、保持容器30に接触する部分に樹枝状晶が発生することがある。

このため、注湯中、保持容器30に振動を与えることが望ましい。なお、注湯した後に、加振棒20を用いて、あるいは保持容器30を振動して保持容器30内の合金を振動しても、半溶融成形に適する微細な結晶は得られないので、注湯中に加振する。

【0021】

【表1】

No.	成形前の半溶融金属の条件										成形材の品質				考 備
	鋳造温度(°C)	加振棒の振動の有無	保持容器の振動の有無	容器内金属温度(°C)	保持時間(分)	成形前の液相率(%)	保持容器の材質	保持容器の温度	成形前の金属の温度の分布	成形前の金属の温度の分布	空気巻き込み	不定形初晶の量	偏析	初晶サイズ(μm)	
1	AC4CH	有	有	810	3.5	6.0	S	保温	保温	無	有	○	○	110	
2	AC4CH	有	有	608	3.0	6.0	S	保温	保温	無	有	○	○	100	
3	AC4CH	有	有	608	3.3	5.5	S	加熱	保温	無	有	○	○	105	
4	AC4CH	有	有	817	4.0	6.0	S	保温	加熱	無	有	○	○	120	
5	AC4CH+0.003B	有	有	609	3.0	6.0	S	保温	保温	無	有	○	○	97	
6	AZ91	有	有	582	2.5	6.0	S	保温	保温	無	有	○	○	95	
7	AZ91+0.451+0.01Sr	有	有	590	2.5	6.0	S	保温	保温	無	有	○	○	90	
8	AZ91+0.15Ca	有	有	595	2.7	6.0	S	保温	保温	無	有	○	○	85	
9	AC7A	有	有	630	3.7	5.0	S	保温	保温	無	有	○	○	95	
10	AC4CH	有	有	612	6.0	7.0	C	—	—	無	有	○	○	115	
11	AC4CH	有	有	619	7.5	4.5	C	保温	—	無	有	○	○	120	押出法による
12	AC4CH	有	有	640	10.0	6.0	S	保温	保温	無	有	○	○	350	鋳造温度が高い
13	AC4CH	有	有	610	3.5	6.0	S	保温	保温	無	有	○	○	230	加振棒の振動無し
14	AC4CH	有	有	610	75.0	6.0	C	保温	保温	無	有	○	○	310	保持時間長い
15	AC4CH	有	有	620	4.5	6.0	S	保温	保温	無	有	○	○	250	加振棒なし
16	AC4CH	有	有	610	1.5	8.0	S	保温	保温	無	有	○	○	75	液相率高い
17	AC4CH	有	有	610	3.0	5.5	S	保温	保温	有	有	○	○	120	注湯完了後20秒後取出
18	AC4CH	有	有	618	3.0	0.5	S	保温	保温	有	有	○	○	130	押出法
19	AZ91	有	有	590	2.0	5.5	S	保温	保温	無	有	○	○	180	加振棒振動無し
20	AC4CH	有	有	610	2.5	6.0	S	—	—	無	有	○	○	100	上部、下部保温なし

注記1 ① 融点 AC4CH Al-7xSi-0.35Mg-0.15Pb 815°C  
AZ91 Mg-9xAl-0.7Zn-0.2Mn 595°C  
AC7A Al-5xMg-0.4Zn 635°C

注記2 \*1 容器内金属温度;注湯完了直後の金属の温度

⑤ 不定形の初晶;少ない○、多い×

⑥ 偏析;少ない○、多い×

⑦ 容器内くぼみ;加振棒をひき上げた後に出来た穴

② 振動;100HZ、0.1mm

③ 温度分布;良○、悪×

④ 空気巻き込み;少ない○、多い×

注記1 ① 融点 AC4CH Al-7Mg-0.35Mn-0.15Ti 815°C  
 AZ91 Mg-9Al-0.75Zn-0.2Mn 595°C  
 AC7A Al-6Mg-0.4Zn 635°C

注記2 \*1 容器内金属温度；注湯完了直後の金属の温度  
 \*2 容器の材質；S：鋼、C：セラミック

\*3 通常の固体成形と同じ加圧力が必要

⑤ 不定形の初晶；少ない○、多い×  
 ⑥ 偏析；少ない○、多い×  
 ⑦ 容器内くぼみ；加振棒をひき上げた後に出来た穴

② 振動；100Hz、0.1mm  
 ③ 温度分布；良○、悪×  
 ④ 空気巻き込み；少ない○、多い×

【0022】表1に成形前の半溶融金属の条件および成形材の品質を示す。成形は図3に示すように、半溶融金属を射出スリーブ50に挿入し、その後スクイズ鑄造機を用いて行なった。成形条件は、加圧力950kgf/cm<sup>2</sup>、射出速度0.5m/s、鑄造品重量(ピケット含む)1.5kg、金型温度230°Cとした。ただし、表1中、no. 11、no. 18は押出機を用いて成形したときの成形材の品質およびそれを成形したとき

cm<sup>2</sup>、射出速度0.5m/s、鑄造品重量(ピケット含む)1.5kg、金型温度230°Cとした。ただし、表1中、no. 11、no. 18は押出機を用いて成形したときの成形材の品質およびそれを成形したとき

に使用した半熔融金属の条件を示している。成形は、所定の液相率の半熔融金属をコンテナに挿入し、その後、押出成形を行なった。成形条件は、以下のとおりである。

① 押出機仕様：800t、押出速度（製品速度）：80m/min

② 押出ピレット直径：75mm、押出比：20

【0023】比較例12では、鑄造温度が高すぎるために保持容器内において残存する結晶核がほとんどないために、微細な球状の初晶が得られず不定形の初晶しか得られない。比較例13および比較例19では、加振棒の振動がないため、図9に示すように不定形の樹枝状晶が多数発生する。比較例14では、保持時間が長いために球状の初晶サイズが大きくなる。比較例15では加振棒がないため、図8に示すように不定形の樹枝状晶が発生したり、粗大な球状の初晶が発生する。比較例16では成形前の液相率が高いために、スリーブに半溶融合金を挿入する時に空気が巻き込んだり、鑄造品内部に偏析が多く発生する。比較例17では注湯完了後加振棒の取り出し時間が遅かったために、加振棒20の回りに凝固層ができることから樹枝状晶が発生したり、鑄造品内部に不均一な組織が生成されたりする。比較例20では保持容器の上部、下部に全く保温しないで急速に冷却したために、不定形の樹枝状晶は少ないが保持容器の上部、下部に凝固層が出来たりして、保持容器からの半溶融合金の排出が困難である。比較例18では、押出成形時の液相率が0.5%（表1中には記載されていないが、容器30から取り出す半溶融合金の液相率は55%である）であるために、固体状態の合金を成形する場合とほとんど同じ加圧力が必要である。

【0024】一方、本発明例1～本発明例11では、図7に示すように、不定形の樹枝状晶は認められず、微細な球状の初晶を有する均質な組織の成形体を得られる。

【0025】

【発明の効果】以上説明したことから明らかなように、本発明に係る半溶融合金の成形方法では、保持容器内に注湯され蓄えられていく合金に、注湯中加振棒を浸漬して直接接触させながら該加振棒を加振して該合金に振動を与えることにより、液相線温度以上で結晶核を有する液体状態の合金または液相線以下で成形温度以上の結晶核を有する固液共存状態の合金にし、引き続き所定の液

相率を示す成形温度まで該合金を前記保持容器内で冷却しつつ30秒～60分間保持することにより、該合金中に微細な初晶を晶出させた後、該保持容器から該合金を取り出して成形用金型に供給して加圧成形することとしたので、従来の機械攪拌法や電磁攪拌法によらず、簡便容易に、かつ、低コストで微細かつ球状の組織を有する成形体を得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る最大固溶限以上の組成の亜共晶アルミニウム合金の半溶融合金の成形方法を示す工程説明図である。

【図2】本発明に係る最大固溶限内組成のマグネシウム合金あるいはアルミニウム合金の半溶融合金の成形方法を示す工程説明図である。

【図3】本発明に係る球状初晶の生成から成形までの工程説明図である。

【図4】図3に示した各工程の金属組織の模写図である。

【図5】本発明に係る代表的なアルミ合金であるAl-Si系合金平衡状態図である。

【図6】本発明に係る代表的なマグネ合金であるMg-Al系合金平衡状態図である。

【図7】本発明例の成形品（AC4CH合金）の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

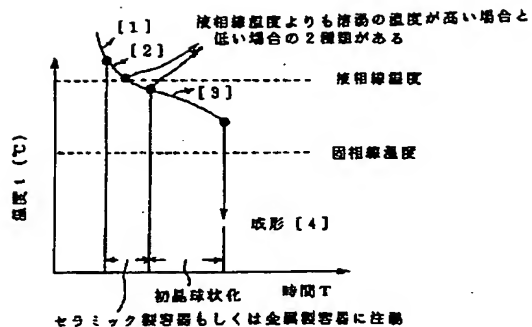
【図8】比較例の成形品（AC4CH合金、加振棒なし）の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【図9】比較例の成形品（AC4CH合金、冷却棒あり、振動なし）の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

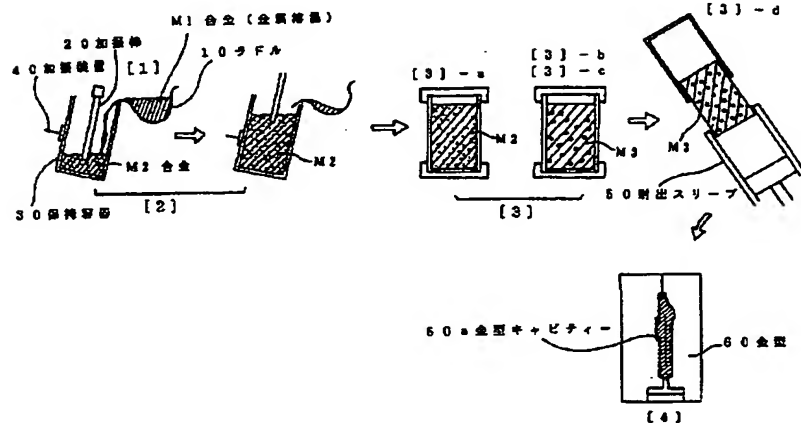
【符号の説明】

- 10 ラドル
- 20 加振棒
- 30 保持容器（金属容器もしくは非金属容器）
- 40 加振装置
- 50 射出スリーブ
- 60 金型
- 60a 金型キャビティ
- 70 保温材
- M 溶湯金属
- T 保持時間
- t 容器内メタル温度

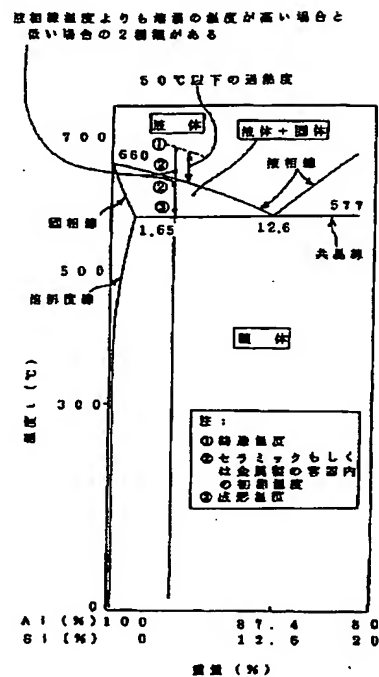
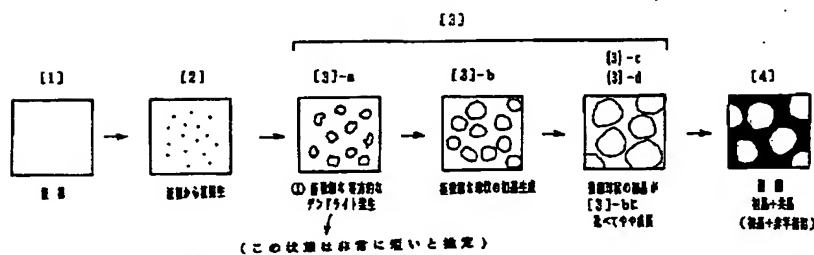
【圖 2】



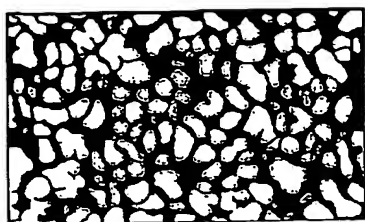
【例 5】



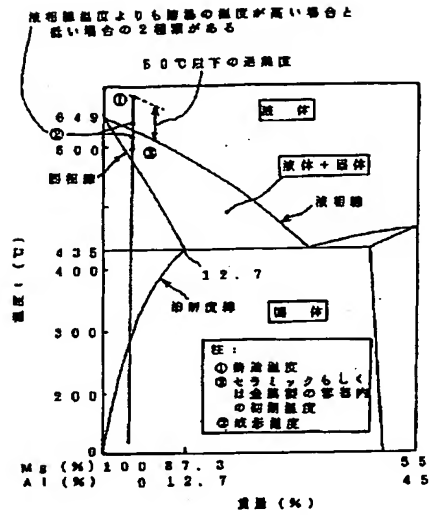
【圖 4】



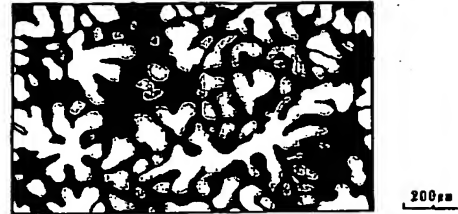
【圖 8】



【図6】



【図9】



フロントページの続き

(72) 発明者 原田 康則  
山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地  
宇部興産株式会社機械・エンジニアリング  
事業本部内